



CoCrPt基面内薄膜磁気記録媒体の結晶粒径ならびに配向制御による低ノイズ高保磁力化に関する研究

著者	三上 正樹
号	2805
発行年	2001
URL	http://hdl.handle.net/10097/8078

氏 名 三 上 正 樹
授 与 学 位 博士(工学)
学 位 授 与 年 月 日 平成 14 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 根 拠 法 規 学位規則第 4 条第 1 項
研 究 科 , 専 攻 の 名 称 東北大学大学院工学研究科(博士課程)電子工学専攻
学 位 論 文 題 目 CoCrPt 基面内薄膜磁気記録媒体の結晶粒径ならびに配向制御
による低ノイズ高保磁力化に関する研究
指 導 教 官 東北大学教授 高橋 研
論 文 審 査 委 員 主査 東北大学教授 高橋 研 東北大学教授 荒井 賢一
東北大学教授 中村 慶久 東北大学助教授 角田 匡清
(情報科学研究科)

論 文 内 容 要 旨

第 1 章 序 論

面内薄膜磁気記録媒体の高記録密度化には、媒体の低ノイズ化が必要であり、媒体ノイズの低減に対しては磁性結晶粒の微細化が有効であることが示されている。一方で、磁性結晶粒のサイズが小さくなることで記録磁化の熱揺らぎが問題となるため、低ノイズ化と耐熱揺らぎを高度に両立することが媒体の実用化の上で必要となるが、これを実現する媒体の設計指針が十分に確立されているとは言い難い。

本研究では、高密度の薄膜磁気記録媒体の基板として一般的に用いられている NiP メッキアルミ基板に対し、平坦性や機械的特性に優れたガラス基板に着目した。ガラス基板に対しては、媒体特性を導出するために従来から基板上に付与するシード層が検討されており、従来技術として NiAl シード層が実用化されている。NiAl の特徴としては NiAl は B2 結晶構造をもち、磁性層の結晶配向や結晶粒の微細化で有効性を示すが、結晶性を導出するために 100nm 程度の厚膜化が必要であるなどの問題点がある。これに対しては、NiTa 非晶質シード層を用いることで、5nm 程度まで薄膜化しても NiAl と同等の保磁力を維持することが報告されている。

このような背景を踏まえて、本研究の目的を、ガラス基板に対して、非晶質シード層を用いた結晶粒径の微細化、シード層上の下地層の成長過程の評価による微細化メカニズムの解明、ならびに、高保磁力媒体の開発による低ノイズかつ熱揺らぎ耐性に優れた媒体の実現とした。さらに、得られた知見をもとにして、ガラス基板を用いた面内磁気記録媒体の開発指針を提言する。

第 2 章 実験方法

標準的な媒体の作製方法は、結晶化ガラス基板上に NiX(X=Nb,Ta,Zr, 25nm)を成膜し、これを 300℃ に加熱した後、CrMo₁₀(20nm)/CoCr₂₄Pt₈B₄(20nm)/Carbon(7nm)の順で積層した。成膜は、H₂O 濃度 1 ppb 程度の超高純度 Ar ガスを 100sccm 流して圧力 0.6Pa とし、DC マグネトロンスパッタリング

法により行った。Ni 基非晶質シード層の酸化には、シード層成膜後に酸素を最大で 2500L まで暴露するプロセス、またはシード層成膜中に酸素ガスを最大で 10sccm 添加するプロセスを用いた。

薄膜媒体の構造解析は XRD と TEM、磁気特性の測定は VSM、磁気トルク計および SQUID を用いて行った。また、Ni 基非晶質シード層上に成膜した Cr 合金下地層の成長課程の評価を中心に、オージェ電子分光法を用いた。

第3章 Ni 基非晶質シード層によるガラス面内媒体の配向制御と結晶粒径の微細化

本章では、まず Ni 基非晶質シード層の表面を酸化することにより、その上に成長する Cr 合金下地層の結晶配向が bcc(110) から bcc(200)に変化することを示した。シード層の酸素親和性の違いによる保磁力の変化がこの結晶配向変化に対応したものであり、シード層表面の酸化状態に敏感であることを説明した。さらに、シード層酸化による結晶配向変化は XRD の結果から、Cr の bcc 構造が面内方向への圧縮と対応することを示した。

次に、Ni 基非晶質シード層の酸化による媒体ノイズの低減を確認し、その主要因が磁性結晶粒径に対応した活性化粒径 GD_{act} の微細化によることを示した。一方で、シード層の酸化によってもシード層の結晶化など微細構造の変化は見られず、

結晶粒の微細化要因とは考えられないことを示した。シード層表面を十分に酸化するには、シード層成膜後に酸素暴露するよりも、シード層成膜中に酸素添加することが有利であることがオージェ電子分光法によるシード層表面の酸素量の変化から明らかとなった。結果として、酸素添加による NiNb 非晶質シード層媒体において、NiAl と同等の媒体ノイズ特性を得ることに成功した (Fig.1)。

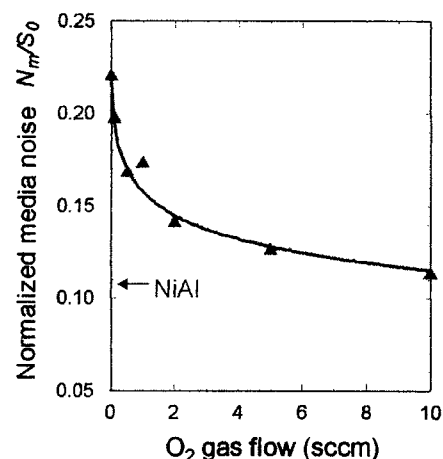


Fig.1 NiNb 非晶質シード層への酸素添加量に対する規格化媒体ノイズ N_m/S_0 の変化。

第4章 Ni 基非晶質シード層上の Cr 合金下地層の初期成長過程と結晶粒径との関係

本章では、酸素親和性 ($Zr > Ta > Nb$) および表面エネルギー ($NiTa > NiNb > NiZr$) の異なる Ni 基非晶質シード層の酸化による GD_{act} 低減の違いと Cr 合金下地層の成長様式やシード層からの酸素拡散の評価により結晶粒径の微細化メカニズムを検討した。

Fig.2 に示すように、Ni 基非晶質シード層への酸素添加に対して、いずれも GD_{act} の低減が認められた。酸素親和性の低い NiNb シード層媒体と NiTa シード層媒体は少量の酸素添加で GD_{act} の著しい低下を示すのに対して、NiZr シード層媒体では初期の酸化では微細化せず、酸素 10sccm を添加したところで、NiNb シード層媒体近くまで粒径が低減することが分かった。Zr は酸素親和性が高く NiZr シード層媒体への酸素の少量添加では Zr に対する優先的な部分酸化が生じやすいと考えられ、従来の報告によれば

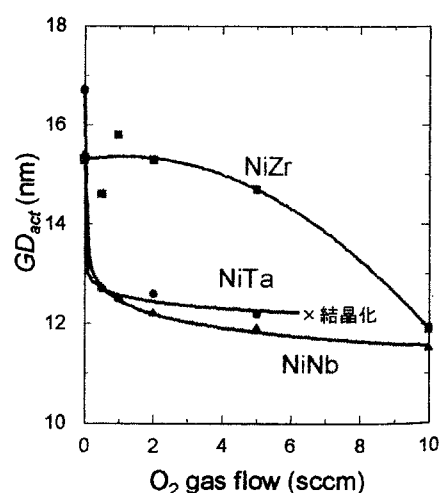


Fig.2 NiX(X=Zr, Nb, Ta)シード層への酸素添加に対する活性化粒径 GD_{act} の変化。

微細化が促進されることが期待されたものである。このような、Ni 基非晶質シード層の酸化による結晶粒微細化に対しては、部分酸化とは異なるメカニズムの検討が必要である。

まず、酸素添加がない清浄な Ni 基非晶質シード層上に成長する Cr 合金下地層の初期成長過程をオージェ電子分光法により評価した。この結果、融点が低く表面エネルギーの低いシード層に対する下地層の濡れ性が悪く、この結果 GD_{act} は NiTa シード層媒体の 16.7nm から NiZr シード層媒体の 15.3nm まで低減することが分かった。更に、Ni 基シード層の酸化により、Cr 合金下地層の層状成長が阻害されることがオージェ電子分光法により示され、シード層の酸化が結晶粒の微細化との密接に関係することが明らかとなった。

そこで、シード層の酸化状態と微細化との関係を検討するために、シード層表面の酸素量と Cr 下地層表面まで拡散される酸素量との関係を検討した。シード層表面の酸素量は酸素親和性の高いシード層ほど、また酸素添加量が多いほど増えることが確認された。これに対して、Fig.3 に示すように、酸素 2sccm と少量の添加では、Cr 合金下地層表面で観測される酸素強度に違いが見られ、シード層表面の酸素量の多い NiZr シード層上に成長した Cr 合金下地層表面の酸素量は、シード層表面の酸素量の少ない NiNb や NiTa に対してむしろ少ない結果となった。

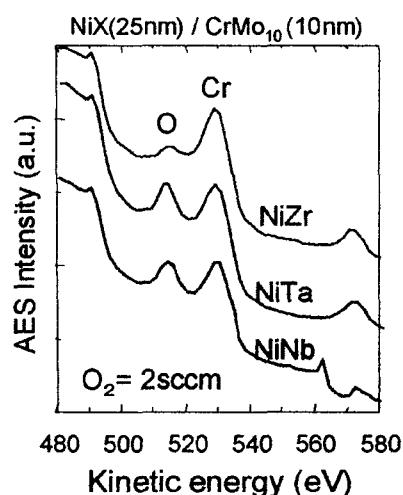


Fig.3 NiX(X=Zr, Nb, Ta)シード層へ2sccm 添加したときの、シード層上に成膜した CrMo 下地層 (10nm) 表面の酸素オージェ電子強度。

以上の結果から、酸素親和性の低い添加元素と弱く結合した酸素が Cr 合金下地層へ拡散することから、Cr 酸化物など初期核を形成すると考えられ、これが核サイトとなって下

地層の微細結晶粒成長を促進することで、結晶粒径が微細化するメカニズムを提案した。逆に酸素親和性の高い Zr を含む NiZr シード層は部分酸化を生じやすいものの、Zr と酸素の結合が強いため、下地層の結晶粒微細化に寄与しないと考えれる。

第5章 ITO シード層によるガラス面内媒体の結晶粒径制御

本章では、シード層として酸化物をターゲットソースとした場合に結晶粒の微細化への効果を検証することで、シード層における酸素の役割を明らかにすると同時に、微細化の効果を確認することを目的とした。

NiNb シード層上に成膜した ITO シード層の膜厚に対する GD_{act} の変化は、連続膜と考えられる 5nm 以上の膜厚では ITO 組成に寄らず、NiNb シード層のみの場合よりも粒径が粗大化した。ITO シード層表面の酸素量は、酸素添加した NiNb シード層と比較すると低いことが確かめられた。このことは、Ni 基非晶質シード層での議論と同様に、シード層表面の酸素量が結晶粒の微細化に重要であることを示している。また、酸化物シード層であれば微細化が促進されるものではないことが分かった。

一方で、高 Sn 組成の ITO シード層で膜厚 1nm まで薄くした場合に、NiNb シード層より結晶粒径が微細化することが確認された。この理由としては、高 Sn 組成の ITO シード層では NiNb シード層上

で成長する際の濡れ性が悪いことが確認されたことから、島状 ITO シード層の形成によって Cr 合金下地層の核形成が促進されるためと考えられる。

第6章 シード層を用いた低ノイズガラス面内媒体の設計指針

本研究で得られた知見をもとに、高記録密度に対応する低ノイズガラス面内媒体の開発に必須な、磁性結晶粒径の微細化を導出するためのシード層の技術指針を提言した (Fig.4)。

まず、ガラス基板のシード層として NiNb 非晶質シード層が適していることを示した。その理由としては、下地層との格子整合の必要が無い点で非晶質シード層が優れ、NiNb が安定して非晶質を形成することと、下地層への酸素拡散による酸化物形成に、酸素親和性の低い Nb 元素の

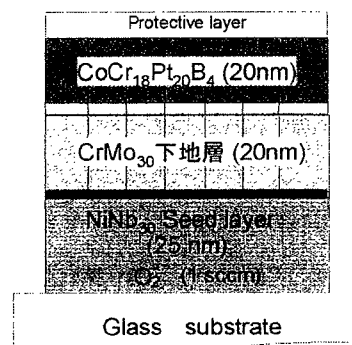


Fig.4 低ノイズガラス面内媒体に適したシード層の設計と媒体構成。

添加が有効なためである。次に、シード層表面の酸化が、Cr 下地層の bcc (200) 配向を誘導し、下地層の酸化により微細化を促進することを示した。また、シード層の酸化および結晶粒の微細化には、シ

ード層成膜中の酸素添加がシード層表面への酸素暴露よりも適していることも示した。更に、ITO 島状シード層を NiNb シード層上に付与することが結晶粒微細化効果を促進する上で有効なことを示した。

第7章 熱揺らぎ耐性の優れた高保磁力 CoCrPtB 面内媒体の開発

第7章では、従来困難であった高 Pt 濃度 (20at.%) の CoCrPtB 媒体による高保磁力化を検討した結果、下地構造を制御し、ヘテロエピタキシャル成長を促進することが断面 TEM 像により確認された。この結果、磁性層の結晶性および結晶配向性を改善し、高保磁力媒体を実現した。

また、NiNb シード層をこの媒体に適用することで、低ノイズの期待される微細活性化粒径 (12nm) と高保磁力 (6.0kOe) を両立したガラス面内媒体の開発に成功した。

Table1 磁性層の Pt 組成と膜厚に対する熱減磁特性の比較。

Pt組成 (at.%)	膜厚 (nm)	tB_r (Gum)	H_c (kOe)	熱減磁 (%/decade)
20	20	79	6.0	0.1
20	12.5	46	5.5	0.1
20	7.5	27	4.7	0.2
8	20	59	2.7	0.6
目標値	15	40	5.0	< 0.6

得られた媒体の熱減磁特性は、Table1 に示すように目標値を上回り、より磁性膜厚の薄い $tB_r=40G\mu m$ 以下においても十分な熱安定性を示すものとなった。

第8章 結論

本章では本研究で得られた結論を総括している。

NiNb 非晶質シード層の酸化による結晶粒径低減と高 Pt 濃度 CoCrPtB 磁性層の結晶配向制御による高保磁力化を実現することで、低ノイズと耐熱揺らぎを両立する薄膜媒体の作製に成功した。

以上の知見をもとに、低ノイズと耐熱揺らぎを両立する薄膜媒体の指針として、低酸素親和性の NiNb 非晶質シード層の表面酸化による結晶粒径の低減と、高 Pt 濃度 CoCrPtB 磁性層の結晶配向制御による高保磁力化によって、超高密度面内媒体の設計に有効な指針を確立した。

審査結果の要旨

面内薄膜磁気記録媒体の高記録密度化には、媒体の低ノイズ化と高保磁力化が必須である。そのためには、磁性結晶粒の微細化ならびに高磁気異方性材料の開発とその結晶配向制御が不可欠である。著者は、Ni 基非晶質シード層材料の開発及び最適な酸化プロセスを適用することで磁性結晶粒の六方晶 c 軸の膜面内配向を維持しつつ、粒径の大幅な微細化に成功した。更に、粒径微細化による熱揺らぎの問題を克服するため、高 Pt 濃度の記録層材料を開発し、その結晶配向制御の手法を確立して高保磁力化に成功した。本論文はその研究成果についてまとめたもので、全文 8 章よりなる。

第 1 章は序論であり、本研究の背景および目的を述べている。

第 2 章では、本研究で用いた薄膜媒体の作製方法、構造解析法、磁気測定法に関して記述している。

第 3 章では、下地層との格子整合を意識する必要のない非晶質シード層に着目して新たに Ni 基非晶質材料を開発し、従来の NiAl に対し必要膜厚を 100nm から 5nm へ大幅に低減した。また、NiNb 非晶質シード層表面の酸化により活性化粒径を 12nm まで微細化し、媒体ノイズが低減することを見出した。同時に、シード層の酸化は、Cr 合金下地層に面内応力を誘起する結果、磁性結晶粒の六方晶 c 軸面内配向に適した bcc-Cr の(100)配向をもたらすことを明らかにした。これは、薄膜工学上極めて有用な知見である。

第 4 章では、表面エネルギーの異なるシード層上での下地層の初期成長過程について検討した結果、濡れ性の劣化によって磁性結晶粒径が低減することを明らかにした。また、シード層の酸化が下地層の層状成長を阻害することを見出し、従来報告されている部分酸化モデルに対して、シード層から下地層への酸素拡散が粒径微細化の主要因であることを明らかにした。これはシード層の設計に関し、材料及び成膜プロセス開発の指針を与える極めて重要な成果であり、薄膜工学上極めて有用な知見である。

第 5 章では、NiNb シード層上に島状の ITO シード層を付与することで、活性化粒径が更に微細化し、平均粒径 11.6nm を実現している。第 6 章では、前章までの結果を踏まえ、ガラス基板に対応した低ノイズ媒体用シード層の設計指針を提案している。

第 7 章では、従来困難であった高 Pt 濃度 (20at.%) の CoCrPtB 媒体による高保磁力化を検討した結果、下地構造を制御しヘテロエピタキシャル成長を促進することで磁性層の結晶性および結晶配向性を改善し、高保磁力媒体を実現した。また、NiNb シード層をこの媒体に適用することで、低ノイズの期待される微細活性化粒径 (12nm) と高保磁力 (6kOe) を両立したガラス面内媒体の開発に成功している。

第 8 章は結論である。

以上要するに本論文は、NiNb 非晶質シード層の酸化による結晶粒径低減と高 Pt 濃度 CoCrPtB 磁性層の結晶配向制御による高保磁力化を実現することで、低ノイズと耐熱揺らぎを両立する薄膜媒体の作製に成功し、超高密度面内媒体の設計に有効な指針を確立したものであり、磁気記録工学ならびに薄膜工学等の電子工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士 (工学) の学位論文として合格と認める。